

УДК 669.02/.09

А.А. Терещенко, Л.В. Ляшок, С.А. Леценко, Е.Н. Крепская, Л.А. Луговая, А.С. Момот, Т.Н. Токайчук

ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЙ СИНТЕЗ ТОНКОДИСПЕРСНЫХ ПОРОШКОВ СЕРЕБРА И СОЗДАНИЕ КОМПОЗИЦИЙ НА ИХ ОСНОВЕ

Национальный технический университет «Харьковский политехнический институт»

Работа посвящена получению тонких порошков серебра размером 1 – 4 мкм. На основании изучения закономерностей образования и роста тонкодисперсных осадков серебра на поверхности индифферентного электрода и их морфологии показана целесообразность потенциостатической модели формирования дисперсной фазы с заданными свойствами. Создание электропроводного клея, на основе серебряного порошка для формирования коммутационных слоев на полимерных и алюминиевых подложках, склеивания пьезокерамических пластин, монтажа полупроводников и микросхем является востребованным и актуальным направлением

Введение

Уникальная микроструктура ультрадисперсных порошков придает им ряд новых свойств. Особенности микрогеометрии, высокая удельная поверхность, энергонасыщенность ультрадисперсных систем открывает широкие возможности для создания новых материалов на их основе.

Особое место занимают полимерные композиции с ультрадисперсным металлическим наполнителем, которые находят широкое применение в электронной промышленности при создании токопроводящих паст и клеев для холодной пайки деталей электронных приборов, светоизлучающих диодов в часах и микрокалькуляторах, гибких кабелей и др.

В основном в электропроводящих композициях используют серебро, благодаря его высокой электропроводимости и стойкости к окислению.

На фоне многообразия методов получения дисперсных порошков металлов, наиболее актуальным представляется электрохимический метод, который не требует применения дорогостоящих оборудования и реактивов, использования вакуума или атмосферы инертного газа, очень высоких или наоборот, очень низких температур.

Экспериментальная часть

Электрохимические исследования проводили гальваностатическим и потенциостатическим методами. Исследования выполнены на потенциостате ПИ-50-1.1 с программатором ПР-8 в комплекте с электронным самописцем. В работе использовалась трехэлектродная ячейка. Рабочий электрод – стеклоуглеродный, электрод сравнения – насыщенный хлорсеребряный электрод, вспомогательный – платиновая пластинка 2×1 см.

Преимуществом электрода из стеклоуглерода является: изотропность подложки и ее нетекстурированность, что позволяет получать мелкокристаллический осадок металла; серебро осаждается на поверхность стеклоуглерода равномерно, что позволяет моделировать процесс формирования осад-

ка.

Микрофотографическое изучение осадков металлов было выполнено с помощью микроскопа Метам РВ-22 в комплекте с цифровым фотоаппаратом «Nikon».

Анализ полученных результатов

Как следует из анализа поляризационных исследований катодного восстановления серебра (рис.1) проведение процесса электролиза при концентрации соли более 0,1 моль / кг нецелесообразно, поскольку область выделения мелкодисперсных осадков мала.

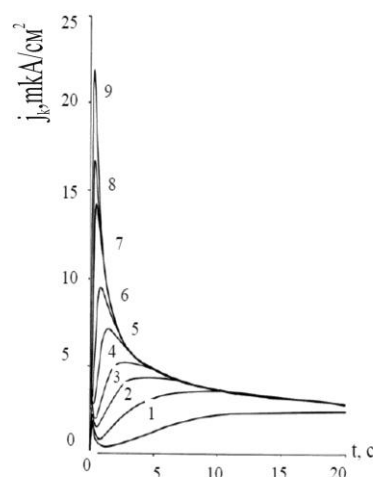


Рис.1. Потенциостатические кривые осаждения серебра из азотнокислого раствора при различных значениях потенциала E , В: 1) 0,30; 2) 0,26; 3) 0,24; 4) 0,23; 5) 0,22; 6) 0,21; 7) 0,20; 8) 0,18; 9) 0,12. $C(\text{Ag}^+) = 1,0 \cdot 10^{-3} \text{ М}$.

На начальном участке происходит образование зародышей и их рост. В результате чего ток начинает возрастать, на кривых появляется максимум. Наличие максимума свидетельствует о перекрывании диффузионных зон при росте зародышей, хотя расстояние между зародышами намного больше их размеров.

Затем основную роль начинают играть диффу-

зионные ограничения, и происходит снижение токов. При достаточно отрицательных потенциалах величины токов перестают зависеть от потенциала, нисходящие участки кривых сливаются, поверхность осадка приближается к постоянной величине, не зависящей от времени.

Микрофотография поверхности стеклоглеродного электрода показывает, что осаждение даже больших количеств осадка Ag (≈ 1200 мкКл, при емкости слоя 20 мкФ/см²) не приводит к образованию сплошного покрытия (рис.2).

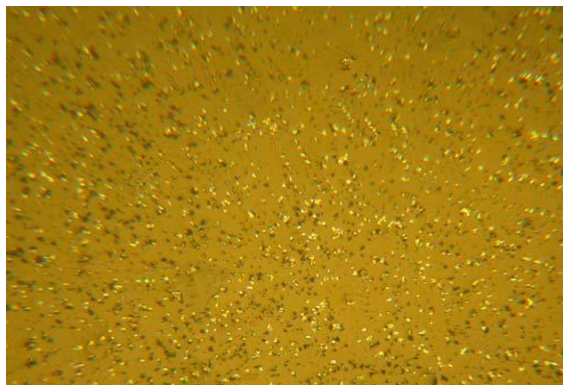


Рис.2. Микрофотография поверхности осадка Ag, $E_{\text{э}} = +0,3\text{В}$, $C(\text{Ag}^+) = 8,0 \cdot 10^{-3}$ моль/дм³.

Возникающие кристаллические зародыши при электролизе разрастаются со временем. В начальный период электрокристаллизации, когда локальная плотность тока велика, скорость зарождения превышает скорость их роста. Микрористаллы объединяются, в основном, путем срастания. Наряду с микрористаллами неопределенной формы, наблюдается довольно много плоских четко ограниченных кристаллов, параллельных поверхности электрода, что свидетельствует о реализации послойного (двумерного) роста кристаллов (рис. 2).

Поскольку структура и физико-химические свойства порошка в значительной степени определяются особенностями начальных стадий электрокристаллизации зародышей и их последующим

ростом, вплоть до формирования дисперсной фазы, возникает необходимость в определении роли режима электросинтеза. Потенциостатическая модель формирования тонкодисперсных осадков серебра позволяет получать зародыши по своей форме, близкой к полусферической, перенос вещества к поверхности зародыша является медленной стадией.

После окончания электролиза производится размол осадков в планетарной мельнице, что позволяет повысить уровень технологических свойств порошка (текучесть и насыпную плотность). Полученный серебряный порошок явился основой при создании электропроводного клея для формирования коммутационных слоев на полимерных и алюминиевых подложках, склеивания пьезокерамических пластин, монтажа полупроводников и микросхем. Их использование обеспечивает стойкость электрических схем к ударам, вибрациям и постоянным перепадам температур.

Заключение

Полученные в работе результаты вносят определенный вклад в изучение кинетики и механизма образования и роста ультрадисперсных осадков при электроосаждении серебра и дают возможность целенаправленного получения порошков с заданными свойствами.

Список литературы:

1. Баканов В.И., Ларина Н.В. Механизм образования и роста осадков при гальваностатическом осаждении металлов из разбавленных растворов. // Известия ВУЗов «Химия и химическая технология». – 2002. – №6. – Т. 45. – С. 86–91.
2. Ларина Н.В., Баканов В.И. Потенциостатическая модель формирования нанодисперсных осадков серебра на стеклоглеродном электроде. // Теория и практика электрохимических технологий. Тез. докладов научно – практической конф. – Екатеринбург, 22–25 октября, 2003. – С. 43–44.
3. Ларина Н.В., Баканов В.И. Потенциостатическая модель формирования нанодисперсных осадков серебра. // Вестник УГТУ-УПИ 14(44) «Теория и практика электрохимических процессов», Екатеринбург. ГОУ ВПО УГТУ – УПИ 2004. – С. 115–120.

ELECTROCHEMICAL SYNTHESIS OF FINE POWDERS SILVER AND CAPACITY COMPOSITIONS THERE OF

A.A. Tereshchenko, L.V. Lyashok, S.A. Leshchenko, E.N. Krepskaya, L.A. Meadow, A.S. Momot, T.N. Tokaychuk

The work is devoted to obtaining fine powders of silver of 1 – 4 microns. On the basis of studying laws of formation and growth of fine silver deposits on the surface of the electrode indifferently and morphology of the expediency of potentiostatic model forming the dispersed phase with the desired properties. Create an electrically conductive adhesive, based on silver powder to form wiring layers on the poly-dimensional and aluminum substrates, bonding piezoceramic plates, assembly of semiconductors and chip is claimed and actual direction

Key words: the composite material, conductive pastes, ultrafine precipitate